

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-188733

(43) 公開日 平成8年(1996)7月23日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C09D 11/00	PSZ			
11/02	PTG			

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全10頁)

(21) 出願番号	特願平7-3806	(71) 出願人	000222118 東洋インキ製造株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号
(22) 出願日	平成7年(1995)1月13日	(72) 発明者	間 清二 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
		(72) 発明者	藤ヶ森 勉 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
		(72) 発明者	飯田 保春 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット用記録液およびその製造方法

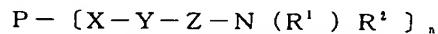
(57) 【要約】

【目的】 どのような紙に対しても耐水性の良好な記録物が得られる水分散インクジェット用記録液およびその容易な製造方法を提供する。

【構成】 顔料、水性樹脂、界面活性剤および下記一般式

(1) で表される顔料分散剤を水中に分散させてなることを特徴とするインクジェット用記録液。

一般式 (1)



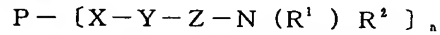
(但し、式中、Pは有機色素残基または複素環残基、または芳香族多環化合物残基、XはS、C、N、O、Hから選ばれる2～15個の原子で構成される化学的に合理的な組み合わせからなる2価の結合基、Yは直接結合または-N(R)- (但し、RはHまたは炭素数1～18のアルキル基またはZ-N(R<sup>1</sup>)R<sup>2</sup>)

または-O-、Zは炭素数1～6のアルキレン基、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はそれぞれ独立に、置換されていてもよい炭素数1～18のアルキル基またはR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>とでN、OまたはSを含んでもよい置換されていてもよい複素環、nは1～3の整数をそれぞれ表す。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 顔料、水性樹脂、界面活性剤および下記一般式 (1) で表される顔料分散剤を水中に分散させることを特徴とするインクジェット用記録液。

一般式 (1)



(但し、式中、Pは有機色素残基または複素環残基、または芳香族多環化合物残基、XはS、C、N、O、Hから選ばれる2～15個の原子で構成される化学的に合理的な組み合わせからなる2価の結合基、Yは直接結合または-N(R)- (但し、RはHまたは炭素数1～18のアルキル基またはZ-N(R<sup>1</sup>)R<sup>2</sup>)

または-O-、Zは炭素数1～6のアルキレン基、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はそれぞれ独立に、置換されていてもよい炭素数1～18のアルキル基またはR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>とでN、OまたはSを含んでもよい置換されていてもよい複素環、nは1～3の整数をそれぞれ表す。)

【請求項 2】 インクジェット記録液の全組成を基準として、顔料0.5～10重量%、水性樹脂0.1～10重量%、界面活性剤0.1～10重量%および一般式 (1) で表される顔料分散剤0.001～5重量%を含む請求項1記載のインクジェット用記録液。

【請求項 3】 さらに、水性溶剤をインクジェット記録液の全組成を基準として2～50重量%含む請求項1又は請求項2記載のインクジェット用記録液。

【請求項 4】 水性樹脂がアクリル共重合体系樹脂である請求項1ないし請求項3記載のインクジェット用記録液。

【請求項 5】 顔料と一般式 (1) で表される顔料分散剤と水性樹脂または界面活性剤を含む顔料分が10～50重量%の顔料濃縮液を水中に分散処理した後、所定の顔料濃度に希釈し、孔径1.0μm以下のフィルターにて濾過することを特徴とする請求項1ないし請求項4記載のインクジェット用記録液の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の技術分野】本発明は、顔料を良好に分散し、記録物が耐水性の優れたインクジェット用の記録液およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来よりインクジェット用記録液としては、酸性染料、直接染料、塩基性染料等の水溶性染料をグリコール系溶剤と水に溶解したものがよく用いられている (例えば、特開昭53-61412、特開昭54-89811、特開昭55-65269等)。水溶性染料としては、記録液の安定性を得るため、水に対する溶解性の高いものが一般的に用いられる。したがって、インクジェット記録物は、一般的に耐水性が悪く、水をこぼしたりすると容易に記録部分の染料のにじみを生じるといった問題があった。

【0003】このような耐水性の不良を改良するため、染料の構造を変えたり、塩基性の強い記録液を調製することが試みられている (例えば、特開昭56-57862等)。また、記録紙と記録液との反応をうまく利用して耐水性の向上を図ることも行われている (例えば、特開昭50-49004、特開昭57-36692、特開昭59-20696、特開昭59-146889等)。これらの方法は、ある種の記録紙については著しい効果をあげているが、インクジェット方式による記録においては種々の記録紙を用いるため、水溶性染料を使用する記録液では記録物の十分な耐水性が得られないことが多い。

【0004】また、耐水性の良好な記録液としては、油性染料を高沸点溶剤に分散ないし溶解したもの、油性染料を揮発性の溶剤に溶解したものがあるが、溶剤の臭気や溶剤の排出に対して環境上嫌われることがあり、大量の記録を行う場合や装置の設置場所によっては、溶剤回収等の必要性が問題となることがある。したがって、記録物の耐水性をよくするために、水系媒体に顔料を分散した記録液の開発が行われている。しかしながら、顔料の分散安定性を得るためには、充分な顔料の微細化が必要となり、この製造においては、顔料を安定に分散させる化合物の選択が必要とされている。

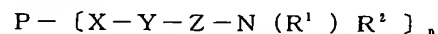
## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、どのような紙に対しても耐水性の良好な記録物が得られる水分散インクジェット用記録液およびその容易な製造方法の提供にある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、顔料、水性樹脂、界面活性剤および下記一般式 (1) で表される顔料分散剤を水中に分散させることを特徴とするインクジェット用記録液に関する。

一般式 (1)



(但し、式中、Pは有機色素残基または複素環残基、または芳香族多環化合物残基、XはS、C、N、O、Hから選ばれる2～15個の原子で構成される化学的に合理的な組み合わせからなる2価の結合基、Yは直接結合または-N(R)- (但し、RはHまたは炭素数1～18のアルキル基またはZ-N(R<sup>1</sup>)R<sup>2</sup>)

または-O-、Zは炭素数1～6のアルキレン基、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はそれぞれ独立に、置換されていてもよい炭素数1～18のアルキル基またはR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>とでN、OまたはSを含んでもよい置換されていてもよい複素環、nは1～3の整数をそれぞれ表す。)

【0007】本発明の顔料としては、印刷インキおよび塗料等に使用される種々の有機顔料、無機顔料が使用可能である。例えば、有機顔料としては、フタロシアニン顔料、不溶性アゾ顔料、アゾレーキ顔料、アントラキノ

ン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、ジケトピロロピロール顔料、アントラピリミジン顔料、アンサンスロン顔料、インダンスロン顔料、フラバンスロン顔料、ペリノン顔料、ペリレン顔料、イソインドリノン顔料、チオインジゴ顔料を挙げることができ、無機顔料としては、カーボンブラック、酸化鉄、鉛白、鉛丹、群青、紺青、酸化コバルト、二酸化チタン、二酸化チタン被覆雲母、ストロンチウムクロメート、チタニウムイエロー、チタンブラック、ジンククロメート、鉄黒、モリブデンレッド、モリブデンホワイト、リトポン、エメラルドグリーン、カドミウムイエロー、カドミウムレッド、コバルトブルー等を挙げることができる。

【0008】このような顔料は、顔料生成後の水性スラリー、ウェットケーキの状態にて用いてもよく、また、このスラリーをスプレードライ等の乾燥により粉末化したものでもよい。しかしながら、記録液の製造にあたっては、顔料の粒子径が小さいほうが記録液としての飛翔安定性が良好なため、粒子径を微細化したものが好ましい。あるいは、分散の工程にて微細化できる顔料を選択することが好ましい。好ましい顔料の粒子径としては、遠心沈降法による平均粒径において  $0.2 \mu\text{m}$  以下、さらに好ましくは、 $0.1 \mu\text{m}$  以下である。このような粒径であると、記録液の製造における濾過操作が容易であり、記録液の貯蔵における沈降も少なくなる。顔料の配合量はインクジェット用記録液の全組成を基準として  $0.5 \sim 10$  重量%、好ましくは  $2 \sim 4$  重量%を配合する。

【0009】本発明にて一般式(1)の顔料分散剤は、記録液の顔料分散をより微細化、安定化し、ノズルからの吐出安定性、保存安定性を良好にする。一般式(1)中Pで表される有機色素残基を構成する有機色素としてはフタロシアニン系、不溶性アゾ系、アゾレーキ系、アントラキノン系、キナクリドン系、ジオキサジン系、ジケトピロロピロール系、アントラピリミジン系、アンサンスロン系、インダンスロン系、フラバンスロン系、ペリノン系、ペリレン系、チオインジゴ系等がある。これらの色素は任意に選択することができるが使用する顔料に近い色相を有するものを使用した方が工業的に有利である。また、複素環残基を構成する複素環としては、例えば、チオフェン、フラン、キサンテン、ピロール、イミダゾール、イソインドリン、イソインドリノン、ベンズイミダゾロン、インドール、キノリン、カルバゾール、アクリジン、アクリドン、アントラキノン等がある。Pが複素環の場合、一般式(1)の顔料分散剤は、ほとんど着色していないものが得られるため、汎用性の点で好ましい。

【0010】XはS、C、N、O、Hから選ばれる2～15個の原子で構成される化学的に合理的な組み合わせからなる2価の結合基であり、例えば、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{COO}-$ 、 $-\text{NH}-$ 又

はこれらの組み合わせであり、好ましくは $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2-$ 等がある。 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ がアルキル基の場合、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の低級アルキル基が好ましい。これらのアルキル基は最大で炭素数18までの範囲で分岐していてもよく、置換されていてもよい。さらに場合によっては $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ が連結してさらにN、OまたはSを含む5員または6員の複素環を形成していてもよい。顔料分散剤の配合量はインクジェット用記録液の全組成を基準として  $0.001 \sim 5$  重量%を配合することが好ましい。

【0011】本発明の顔料分散剤は乾燥した粉末状で顔料の分散時に使用してもよいし、あらかじめ顔料と混合して使用してもよい。溶媒または鉱酸、有機酸水溶液に溶解あるいは分散したものを使用する場合は、顔料の水または溶剤のスラリーに添加し顔料の表面に吸着させるか、あるいはアゾ顔料においてはカップリング中、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料及びジオキサジン顔料などにおいてはソルトミリング法および硫酸溶解法などの顔料化工程中に顔料分散剤の粉末あるいは溶液あるいは分散液を添加し顔料の表面に吸着させ濾過後必要に応じて乾燥する方法によって得られる顔料組成物として使用してもよい。

【0012】本発明において水性樹脂は、顔料の分散の安定性および記録液の被印刷体への定着を良好にするため用いることができる。水性樹脂としては、水に溶解する水溶性の樹脂および水に分散性の樹脂を単独ないし混合して用いることができる。このような樹脂としては、アクリル共重合体系、ポリエステル系、ポリアミド系、ポリウレタン系等の水に溶解する水溶性の樹脂および水に分散性の樹脂が挙げられる。これらの樹脂は、必要に応じ、アンモニウム、アミン、無機アルカリ等の中和剤を適宜調整して加えることができる。

【0013】アクリル共重合体系樹脂は(メタ)アクリル酸アルキルエステル  $50 \sim 80$  重量%、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸等のカルボン酸含有単量体  $5 \sim 30$  重量%およびその他の単量体  $0 \sim 20$  重量%を乳化重合または水溶性溶媒中で溶液重合して得られる、重量平均分子量  $5000 \sim 300000$ 、酸価が  $1 \sim 200$  の樹脂である。上記(メタ)アクリル酸アルキルエステルとしては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸n-ブチル、(メタ)アクリル酸イソプロピル、(メタ)アクリル酸イソブチル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸n-ヘキシル、(メタ)アクリル酸ラウリル等がある。上記その他のモノマーとしては、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、グリシジル

(メタ) アクリレート、スチレン、ビニルトルエン、酢酸ビニル、アクリロニトリル、ビニルアルコール、エチレン等がある。水性樹脂はインクジェット用記録液の全組成を基準として 0. 1~10 重量%、好ましくは 0. 5~3 重量%を配合する。

【0014】本発明において、界面活性剤としては、アニオン性、非イオン性、カチオン性、両イオン性活性剤を用いることができる。アニオン性活性剤としては、脂肪酸塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルアリールスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、ジアルキルスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、アルキルジアリールエーテルジスルホン酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル硫酸塩、ナフタレンスルホン酸フォルマリン縮合物、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル塩、グリセロールポレイト脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセロール脂肪酸エステル等を例示できる。非イオン性活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシエチレンオキシプロピレンブロックコポリマー、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、フッ素系、シリコン系等の非イオン性活性剤が例示できる。カチオン性活性剤としては、アルキルアミン塩、第 4 級アンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、アルキルイミダゾリウム塩等を例示できる。両イオン性活性剤としては、アルキルベタイン、アルキルアミンオキサイド、ホスファジルコリン等が例示できる。界面活性剤はインクジェット用記録液の全組成を基準として 0. 1~10 重量%、好ましくは 0. 5~3 重量%を配合する。

【0015】本発明の記録液は、顔料、水、顔料分散剤、水性樹脂、界面活性剤の他に水性溶剤、浸透剤、防腐剤等を配合してもよく、更に必要に応じ、染料等の着色補助剤、キレート剤、PH調整剤、消泡剤等を添加することができる。染料としては、顔料の色相の調整、濃度の付与等を目的として耐水性、耐光性に問題の無いような形にて使用できる。染料の使用によっては、顔料の分散の安定性を悪くすることもあるので、顔料の 40 重量%以下、このましくは 25 重量%以下の使用に止める必要がある。染料としては、酸性染料、塩基性染料、直接染料、反応性染料、分散染料、含金属染料等があげられる。これらの染料は、無機塩の除去された精製染料が好ましい。

【0016】水性溶剤としては、記録液のノズル部分での乾燥、記録液の固化を防止し、安定な記録液の噴射およびノズルの経時での乾燥を防止するものである。このような水性溶剤としては、エチレングリコール、ジエ

チレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ケトンアルコール、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテルエチレングリコールモノエチルエーテル、1, 2-ヘキサジオール、N-メチル-2-ピロリドン、置換ピロリドン、2, 4, 6-ヘキサントリオール、テトラフルフリルアルコール、4-メトキシ-4-メチルペンタノン等を挙げることができる。また、記録液の紙での乾燥を速める目的においては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類も用いることができる。これらの水性溶剤は、単独ないし混合してインクジェット記録液の全組成を基準として 2~50 重量%の範囲にて用いる。記録液の媒体である水は、金属イオン等を除去したイオン交換水ないし蒸留水を用いる。その他の添加剤として、尿素、ジメチル尿素等を加えることもできる。

【0017】記録液の被印刷体が紙のようなときには、紙への記録液の浸透を速め見掛けの乾燥性を速くするため浸透剤を加えることができる。このような浸透剤としては、水性溶剤として記述したジエチレングリコールモノブチルエーテル等のグリコールエーテル、アルキレングリコール、ポリエチレングリコールモノラウリルエーテル、ラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム等を用いることができる。これらは、記録液の 5 重量%以下の使用量で十分な効果があり、これよりも多いと印字の滲み、紙抜け（プリントスルー）を起こし好ましくない。

【0018】防腐剤は、記録液の腐敗、黴の発生を防止するものであり、デヒドロ酢酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、ソジウムピリジンチオン-1-オキサイド、ジシクピリジンチオン-1-オキサイド、1, 2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、1-ベンズイソチアゾリン-3-オンのアミン塩等が用いられる。これらは、記録液の 0. 05~1. 0 重量%程度用いることが好ましい。キレート剤は、記録液中の金属イオンを封鎖し、ノズル部での金属の析出や記録液中で不溶解性物の析出等を防止するものであり、エチレンジアミンテトラアセティックアシド、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのナトリウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのジアンモニウム塩、エチレンジアミンテトラアセティックアシドのテトラアンモニウム塩等を 0. 005~0. 5 重量%用いることが好ましい。

【0019】また、記録液の PH を所望の PH に調整し、記録液の安定ないし、記録装置中の記録液配管との安定性を得るため、アミン、無機塩、アンモニア等の調整剤、リン酸等の緩衝液を用いることができる。また、記録液の循環、あるいは、移動、また、記録液の製造時

の泡の発生を防止するため消泡剤を添加することもできる。

【0020】本発明の記録液の製造方法としては、顔料と顔料分散剤を水性樹脂の分散液または溶液、または界面活性剤溶液に配合するのが最も簡便である。あるいは顔料の水または溶剤のスラリーに添加し顔料の表面に吸着させるか、あるいはアゾ顔料においてはカップリング中、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料及びジオキサジン顔料などにおいてはソルトミリング法および硫酸溶解法などの顔料化工程中に顔料分散剤の粉末あるいは溶液あるいは分散液を添加し顔料の表面に吸着させ濾過後必要に応じて乾燥する方法によって得られる顔料組成物を水性樹脂の分散液または溶液に配合することもできる。顔料または顔料組成物を水性樹脂の分散液または溶液に分散させるには、ペイントシェーカー、ボールミル、アトライター、サンドミル、ジェットミル等の分散機を使用することが好ましい。


【0021】また、顔料、顔料分散剤および水性樹脂または界面活性剤とをニーダー、二本ロールミルにてあらかじめ良く混練した後、サンドミル、アトライター等の分散機にてさらに分散してもよい。この場合、顔料配合量が10～50重量%、好ましくは10～30重量%、水性樹脂および/または界面活性剤が2.5～20重量%を配合した顔料濃縮物を使用することが好ましい。こ

うして得られた分散体を、適宜、水にて希釈、必要な添加剤を混合する。混合された記録液は、希釈の前あるいは後で、孔径1.0 $\mu$ m以下のフィルターにて濾過する。好ましく、0.45 $\mu$ m以下のフィルターにて濾過する。フィルターの濾過に先立って、遠心分離による濾過を用いることもでき、これは、フィルターによる濾過における目詰まりを少なくし、フィルター交換が容易となる。記録液は、記録装置の方式にもよるが、粘度0.8～15cps(25℃)の液体として調整する。表面張力は、25～60dyn/cmである。PHは、特に制約されないが4～12の範囲であり、このましくは、7～9の弱アルカリ性が好ましい。

【0022】本発明により製造される記録液は、水性でありながら耐水性が著しく良好であるのでインクジェット用記録液として好適に用いられ、オフィスにおける書類の作成をはじめ、郵便物の宛名書き、ダンボールのマーキング、ナンバリング、バーコード等の分野にて利用することができる。また、染料によって製造された記録液に較べ耐光性も良好であり、記録物の保存性の優れたカラー画像を形成することができる。一般式(1)にて示される化合物の代表例を表1に示した。

#### 【0023】

【表1】

化合物の 記号	有機色素または複素環の 名称	置 換 基	置換 基数
a	C. I. Pigment Blue 15	$-\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_7\text{N}(\text{CH}_3)_2$	1.5
b	C. I. Pigment Blue 15	$-\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	2
c	C. I. Pigment Blue 15	$-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_8\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	1
d	C. I. Pigment Blue 15	$-\text{CONH}(\text{CH}_2)_8\text{N}(\text{C}_6\text{H}_7)_2$	1
e	C. I. Pigment Violet 19	$-\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	2
f	C. I. Pigment Violet 19	$-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	1
g	アントラキノン	$-\text{CONH}(\text{CH}_2)_8\text{N}(\text{C}_6\text{H}_7)_2$	2
h	アクリドン	$-\text{CH}_2\text{NHCONH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	2
i	C. I. Pigment Yellow 17	$-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_7)_2$	1
j	C. I. Pigment Yellow 83	$-\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	1
k	C. I. Pigment Yellow 108	$-\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}$ 	1
l	C. I. Pigment Yellow 151	$-\text{CONH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$	1
m	カルバゾール	$-\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{CH}_3)_2$	1
n	C. I. Pigment Violet 23	$-\text{SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_9\text{N}(\text{C}_6\text{H}_7)_2$	1

#### 【0024】

【実施例】以下、実施例に基づき、本発明をさらに詳細

に説明する。実施例中、部および%は、重量部および重量%をそれぞれ表す。

〔実施例1〕下記の原料を混合し、ペイントシェーカーの濃縮液を作製した。  
を用いて12時間分散し、水分散インクジェット記録液

リオノールブルー FG-7330 (顔料 東洋インキ製造社製)	19.0部
ジョンクリル61J (スチレンアクリル共重合体 固形分31.0% ジョンソ ンポリマー社製)	16.4部
エマルゲンA-90 (非イオン性界面活性剤 花王社製)	5.0部
顔料分散剤 a	1.0部
イオン交換水	58.6部

上記濃縮液と下記のものとの混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度2.5cps (25℃)、表面張力40dyn/cmに調整し  
た。後に、1.0μmメンブランフィルターを用いて濾過し、さらに0.45μmメンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。

上記濃縮液	12.5部
エマポリーTYN-40 (スチレンアクリル共重合体 固形分44.8% 岐 阜セラック製造所製)	5.5部
グリセリン	10.0部
イオン交換水	72.0部

【0025】〔実施例2~4〕実施例1に準じて化合物b~dを用いて水分散インクジェット記録液を作製した。

ホスタパーム ピンク E (顔料 ヘキスト社製)	19.4部
ジョンクリル62 (スチレンアクリル共重合体 固形分34.0% ジョンソ ンポリマー社製)	14.7部
エマルゲンA-90	5.0部
顔料分散剤 e	0.6部
イオン交換水	60.3部

上記濃縮液と下記のものとの混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度2.5cps (25℃)、表面張力40dyn/cmに調整し

上記濃縮液	12.5部
エマポリーTYN-40	5.5部
グリセリン	10.0部
イオン交換水	72.0部

【0027】〔実施例6~8〕実施例5に準じて化合物f~hを用いて水分散インクジェット記録液を作製した。

ハンザブリリアントエロー 5GX02 (顔料 ヘキスト社製)	19.0部
ジョンクリル62	8.8部
エマルゲンA-90	7.0部
顔料分散剤 i	1.0部
イオン交換水	64.2部

上記濃縮液と下記のものとの混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度2.5cps (25℃)、表面張力40dyn/cmに調整し

上記濃縮液	12.5部
エマポリーTYN-40	5.5部
グリセリン	10.0部
イオン交換水	72.0部

【0029】〔実施例10〕実施例9に準じて化合物jを用いて水分散インクジェット記録液を作製した。

〔実施例11〕下記の原料を混合し、ペイントシェカ 50

【0026】〔実施例5〕下記の原料を混合し、ペイントシェーカーを用いて24時間分散し、水分散インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

た。後に、1.0μmメンブランフィルターを用いて濾過し、さらに0.45μmメンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。

【0028】〔実施例9〕下記の原料を混合し、ペイントシェーカーを用いて24時間分散し、水分散インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

た。後に、1.0μmメンブランフィルターを用いて濾過し、さらに0.45μmメンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。

ーを用いて24時間分散し、水分散インクジェット記録液の濃縮液を作製した。

11	イルガジエロー 2 G L T E ( 顔料 チバ社製 )	12	
	ジョンクリル 6 2	19. 0 部	
	エマルゲン A-9 0	8. 8 部	
	顔料分散剤 k	7. 0 部	
	イオン交換水	1. 0 部	
		64. 2 部	
上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度 2. 5 c p s ( 25℃ )、表面張力 40 d y n / c m に調整し		た。後に、1. 0 μ m メンブランフィルターを用いて濾過し、さらに 0. 45 μ m メンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。	
	上記濃縮液	12. 5 部	
	エマポリー T Y N-4 0	5. 5 部	
	グリセリン	10. 0 部	
	イオン交換水	72. 0 部	
【0030】〔実施例 12〕実施例 11 に準じて化合物 1 を用いて水分散インクジェット記録液を作製した。		一を用いて 24 時間分散し、水分散インクジェット記録液の濃縮液を作製した。	
〔実施例 13〕下記の原料を混合し、ペイントシェーカー			
	ホスタパームバイオレット R L スペシャル ( 顔料 ヘキスト社製 )	14. 5 部	
	ジョンクリル 6 1 J	16. 1 部	
	エマルゲン A-9 0	5. 0 部	
	顔料分散剤 m	1. 5 部	
	イオン交換水	62. 9 部	
上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度 2. 5 c p s ( 25℃ )、表面張力 40 d y n / c m に調整し		た。後に、1. 0 μ m メンブランフィルターを用いて濾過し、さらに 0. 45 μ m メンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。	
	上記濃縮液	15. 0 部	
	エマポリー T Y N-4 0	5. 5 部	
	グリセリン	10. 0 部	
	イオン交換水	69. 5 部	
〔実施例 14〕実施例 13 に準じて化合物 n を用いて水分散インクジェット記録液を作製した。		ントシェーカーを用いて 24 時間分散し、水分散インクジェット記録液の濃縮液を作製した。	
【0031】〔実施例 15〕下記の原料を混合し、ペイ 30			
	モナーク 800 ( 顔料 キャボット社製 )	14. 5 部	
	ジョンクリル 6 1 J	16. 1 部	
	エマルゲン A-9 0	5. 0 部	
	顔料分散剤 a	1. 5 部	
	イオン交換水	62. 9 部	
上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度 2. 5 c p s ( 25℃ )、表面張力 40 d y n / c m に調整し		た。後に、1. 0 μ m メンブランフィルターを用いて濾過し、さらに 0. 45 μ m メンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。	
	上記濃縮液	15. 0 部	
	エマポリー T Y N-4 0	5. 5 部	
	グリセリン	10. 0 部	
	イオン交換水	69. 5 部	
【0032】〔比較例 1〕下記の原料を混合し、ペイントシェーカーを用いて 12 時間分散し、水分散インクジ		ェット記録液の濃縮液を作製した。	
	リオノールブルー F G-7330	0. 0 部	
	ジョンクリル 6 1 J	16. 4 部	
	エマルゲン A-9 0	5. 0 部	
	イオン交換水	58. 6 部	
上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度 2. 5 c 50		p s ( 25℃ )、表面張力 40 d y n / c m に調整し た。後に、1. 0 μ m メンブランフィルターを用いて濾	

13	14
<p>過し、さらに0.45<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用い          上記濃縮液          エマポリーTYN-40          グリセリン          イオン交換水</p>	<p>て濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。</p> <p>12.5部          5.5部          10.0部          72.0部</p>
<p>【0033】〔比較例2〕下記の原料を混合し、ペイン          トシェーカーを用いて24時間分散し、水分散インクジ          ホスタパーム ピンク E          ジョンクリル62          エマルゲンA-90          イオン交換水</p>	<p>ェット記録液の濃縮液を作製した。</p> <p>20.0部          14.7部          5.0部          60.3部</p>
<p>上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコ          ールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度2.5c          ps (25℃)、表面張力40dyn/cmに調整し          上記濃縮液          エマポリーTYN-40          (スチレンアクリル共重合体 固形分44.8% 岐阜セラック製造所製)          グリセリン          イオン交換水</p>	<p>た。後に、1.0<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用いて濾          過し、さらに0.45<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用い          て濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。</p> <p>12.5部          5.5部          10.0部          72.0部</p>
<p>【0034】〔比較例3〕下記の原料を混合し、ペイン          トシェーカーを用いて24時間分散し、水分散インクジ          ハンザブリリアントエロー 5GX02          ジョンクリル62          エマルゲンA-90          イオン交換水</p>	<p>ェット記録液の濃縮液を作製した。</p> <p>20.0部          8.8部          7.0部          64.2部</p>
<p>上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコ          ールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度2.5c          ps (25℃)、表面張力40dyn/cmに調整し          上記濃縮液          エマポリーTYN-40          グリセリン          イオン交換水</p>	<p>た。後に、1.0<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用いて濾          過し、さらに0.45<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用い          て濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。</p> <p>12.5部          5.5部          10.0部          72.0部</p>
<p>【0035】〔比較例4〕下記の原料を混合し、ペイン          トシェーカーを用いて24時間分散し、水分散インクジ          イルガジンエロー2GLTE          ジョンクリル62          エマルゲンA-90          イオン交換水</p>	<p>ェット記録液の濃縮液を作製した。</p> <p>20.0部          8.8部          7.0部          64.2部</p>
<p>上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコ          ールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度2.5c          ps (25℃)、表面張力40dyn/cmに調整し          上記濃縮液          エマポリーTYN-40          グリセリン          イオン交換水</p>	<p>た。後に、1.0<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用いて濾          過し、さらに0.45<math>\mu</math>mメンブランフィルターを用い          て濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。</p> <p>15.0部          5.5部          10.0部          69.5部</p>
<p>【0036】〔比較例5〕下記の原料を混合し、ペイン          トシェーカーを用いて24時間分散し、水分散インクジ          ホスタパームバイオレットRLスペシャル          ジョンクリル61J          エマルゲンA-90</p>	<p>ェット記録液の濃縮液を作製した。</p> <p>16.0部          16.1部          5.0部</p>



15

## イオン交換水

上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度 2.5 cps (25℃)、表面張力 40 dyn/cm に調整し

## 上記濃縮液

エマポリー TYN-40

グリセリン

イオン交換水

【0037】〔比較例 6〕下記の原料を混合し、ペイントシェーカーを用いて 24 時間分散し、水分散インクジ

モナーク 800

ジョンクリル 61 J

エマルゲン A-90

イオン交換水

上記濃縮液と下記のものとのを混合し、ジエチレングリコールモノブチルエーテルを適宜、加えて、粘度 2.5 cps (25℃)、表面張力 40 dyn/cm に調整し

## 上記濃縮液

エマポリー TYN-40

グリセリン

イオン交換水

【0038】実施例 1~14、比較例 1~6 に準じて作製した水分散インクジェット記録液の保存安定性として顔料の沈降の有無、粘度変化を調べると共にエプソン社製 HG5130 のカートリッジに充填して印字を行い、目詰まり性をテストした。

顔料の沈降無し

顔料の沈降有り

粘度

粘度変化無し

僅かに増粘

増粘

【0039】目詰まり性

目詰まり発生無し

打ち出し開始後、15 分から 30 分で目詰まり発生

打ち出し開始後、15 分以内で目詰まり発生

上記評価結果を表 2 に示す。

【0040】

16

62.9 部

た。後に、1.0 μm メンブランフィルターを用いて濾過し、さらに 0.45 μm メンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。

15.0 部

5.5 部

10.0 部

69.5 部

エット記録液の濃縮液を作製した。

16.0 部

16.1 部

5.0 部

62.9 部

た。後に、1.0 μm メンブランフィルターを用いて濾過し、さらに 0.45 μm メンブランフィルターを用いて濾過して水分散インクジェット記録液を作製した。

15.0 部

5.5 部

10.0 部

69.5 部

保存安定性

記録液 30 cc をねじ口瓶 (日電理硝子 (株)) にとり、60℃ にて 1 カ月間放置した後、顔料の沈降の有無を調べると共に B 型粘度計 (東京計器 (株)) で 25℃ における粘度を測定した。

○

×

○

△

×

連続 1 時間打ち出しを行い目詰まり発生の有無を調べた

○

△

×

【表 2】

記録液の種類	目詰まり性		顔料の沈降有無	粘度変化
	初期	1カ月後	1カ月後	1カ月後
実施例 1	○	○	○	○
実施例 2	○	○	○	○
実施例 3	○	○	○	○
実施例 4	○	○	○	○
比較例 1	△	×	△	×
実施例 5	○	○	○	○
実施例 6	○	○	○	○
実施例 7	○	○	○	○
実施例 8	○	○	○	○
比較例 2	×	×	×	×
実施例 9	○	○	○	○
実施例 10	○	○	○	○
比較例 3	△	×	×	×
実施例 11	○	○	○	○
実施例 12	○	○	○	○
比較例 4	×	×	×	×
実施例 13	○	○	○	○
実施例 14	○	○	○	○
比較例 5	×	×	×	×
実施例 15	○	○	○	○
比較例 6	△	×	×	×

BEST AVAILABLE COPY

【発明の効果】本発明により、水を媒体としながら、耐水性の良好な記録物を与える記録液が得られるようになった。これにより、被記録体の制約が非常に少なくな

り、従来の被記録体の影響により耐水性の不足を生じることの多かった水性記録液の用途への拡大が可能になった。

フロントページの続き

(72)発明者 浦木 久嗣

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内